

(19) 日本国特許庁 ( J P )

(12) 公開特許公報 ( A )

(11) 特許出願公開番号

特開平7-315844

(43) 公開日 平成 7 年 (1995) 12 月 5 日

(51) Int. Cl. <sup>6</sup>

識別記号

F I

C01G 49/00

A

H01F 1/11

1/34

H01F 1/11

B

1/34

A

審査請求 未請求 請求項の数28 F D (全10頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平7-91917

(22) 出願日 平成 7 年 (1995) 3 月 27 日

(31) 優先権主張番号 特願平6-83625

(32) 優先日 平 6 (1994) 3 月 31 日

(33) 優先権主張国 日本 ( J P )

(71) 出願人 000204284

太陽誘電株式会社

東京都台東区上野 6 丁目 16 番 20 号

(72) 発明者 菅沼 靖

東京都台東区上野 6 丁目 16 番 20 号 太陽誘電株式会社内

(72) 発明者 岸 弘志

東京都台東区上野 6 丁目 16 番 20 号 太陽誘電株式会社内

(72) 発明者 平野 眞一

愛知県知多郡東浦町大字緒川字丸池台 3 - 2

(74) 代理人 弁理士 佐野 忠

(54) 【発明の名称】 フェライト粉末の製造方法

【要約】

組成ずれがなく、組成が均一であり、異相がなく、結晶化度が高く、アルカリ金属の残存がなく、粒径が小さく、粒径分布の幅が狭く、しかも安価に得られるフェライト粉末の製造法を提供する。

【構成】 フェライトを構成する Fe と他の金属の塩であり、かつ Fe は 2 価の金属塩で、それぞれが硫酸塩、塩化物及び硝酸塩の少なくとも 1 種を含有する金属塩溶液に一定濃度のアンモニア水を加え 2 価の Fe イオンを 3 価のイオンに変化しつつ高速攪拌して共沈反応を起こさせ、その沈澱を濾別して熱処理する。共沈反応温度、酸化条件を選択して高速攪拌や熱処理を必要としない同様の方法。

【効果】 組成ずれがなく、組成が均一であり、異相がなく、アルカリ金属の残存がなく、粒径が小さく、粒径分布の幅が狭く、しかも安価なフェライト粉末が得られる。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 Sr、Ba、Pb、Zn、Ni、Mn、Co、Cu、Mg、Y、Al、Bi、Ti及びFeからなる群のFeとその他の少なくとも1種の金属のそれぞれの金属塩であり、かつFeについては2価のFeの金属塩であって、該それぞれの金属塩が硫酸塩、塩化物及び硝酸塩からなる群の少なくとも1種である金属塩を含有する金属塩水溶液を得る工程と、該金属塩水溶液に0.05～5.0mol/lのNH<sub>4</sub>OH溶液を加えることにより沈澱物を生成する工程を有するフェライト粉末の製造方法。

【請求項2】 Ba、Zn、Mn、Ni、Y、Cu及びFeからなる群のFeとその他の少なくとも1種の金属のそれぞれの金属塩であり、かつFeについては2価のFeの金属塩であって、該それぞれの金属塩が硫酸塩、塩化物及び硝酸塩からなる群の少なくとも1種である金属塩を含有する金属塩水溶液を得る工程と、該金属塩水溶液に0.05～5.0mol/lのNH<sub>4</sub>OH溶液を加えることにより沈澱物を生成する工程を有するフェライト粉末の製造方法。

【請求項3】 NH<sub>4</sub>OH溶液の濃度は0.1～3.0mol/lである請求項1又は2に記載のフェライト粉末の製造方法。

【請求項4】 2価のFeの金属塩のFe<sup>2+</sup>をFe<sup>3+</sup>として計算し金属塩水溶液中の金属イオンに対してNH<sub>4</sub>OH溶液を0.8当量より多く3当量未満加える請求項1ないし3のいずれかに記載のフェライト粉末の製造方法。

【請求項5】 2価のFeの金属塩のFe<sup>2+</sup>をFe<sup>3+</sup>として計算し金属塩水溶液中の金属イオンに対してNH<sub>4</sub>OH溶液を0.8当量より多く2.5当量未満加える請求項1ないし3のいずれかに記載のフェライト粉末の製造方法。

【請求項6】 2価のFeの金属塩のFe<sup>2+</sup>をFe<sup>3+</sup>として計算し金属塩水溶液中の金属イオンに対してNH<sub>4</sub>OH溶液を0.8～1.2当量加える請求項1ないし3のいずれかに記載のフェライト粉末の製造方法。

【請求項7】 2価のFeの金属塩のFe<sup>2+</sup>をFe<sup>3+</sup>として計算し金属塩水溶液中の金属イオンに対してNH<sub>4</sub>OH溶液を1.0当量加える請求項1ないし3のいずれかに記載のフェライト粉末の製造方法。

【請求項8】 金属塩水溶液にNH<sub>4</sub>OH溶液を加える操作は2価のFeの金属塩のFe<sup>2+</sup>がFe<sup>3+</sup>になるに十分な酸素存在下で行う請求項1ないし3のいずれか又は6又は7に記載のフェライト粉末の製造方法。

【請求項9】 金属塩水溶液にNH<sub>4</sub>OH溶液を加えることにより沈澱物を生成する工程は金属塩水溶液にNH<sub>4</sub>OH溶液を加えた混合液を攪拌する工程を有する請求項1ないし3のいずれか又は6ないし8のいずれかに記載のフェライト粉末の製造方法。

【請求項10】 攪拌は毎分300～3000回転である請求項9に記載のフェライト粉末の製造方法。

【請求項11】 攪拌は毎分500～2000回転である請求項9に記載のフェライト粉末の製造方法。

【請求項12】 金属塩水溶液にNH<sub>4</sub>OH溶液を加えることにより沈澱物を生成する工程は該金属塩水溶液にNH<sub>4</sub>OH溶液を加えた混合液を常圧下で加熱する工程を有する請求項1ないし3のいずれか又は6ないし11のいずれかに記載のフェライト粉末の製造方法。

【請求項13】 加熱は0～40℃で3～10時間である請求項12に記載のフェライト粉末の製造方法。

【請求項14】 加熱は10～30℃で3～7時間である請求項12に記載のフェライト粉末の製造方法。

【請求項15】 沈澱物を熟成する工程を有する請求項1ないし3のいずれか又は6ないし14のいずれかに記載のフェライト粉末の製造方法。

【請求項16】 熟成を80～100℃で行う請求項15に記載のフェライト粉末の製造方法。

【請求項17】 熟成を80～90℃で1～5時間行う請求項15に記載のフェライト粉末の製造方法。

【請求項18】 金属塩水溶液にNH<sub>4</sub>OH溶液を加えることにより沈澱物を生成する工程は該金属塩水溶液にNH<sub>4</sub>OH溶液を加えた混合液を酸素存在下60℃以上100℃以下に加熱する工程を有する請求項4又は5に記載のフェライト粉末の製造方法。

【請求項19】 金属塩水溶液にNH<sub>4</sub>OH溶液を加えた混合液を酸素存在下60℃以上100℃以下に加熱する工程は該混合液を酸素含有量0.1%以上のガスとの気液接触を行わせる工程を有する請求項18記載のフェライト粉末の製造方法。

【請求項20】 金属塩水溶液にNH<sub>4</sub>OH溶液を加えることにより沈澱物を生成する工程は該金属塩水溶液にNH<sub>4</sub>OH溶液を加えた混合液を酸素存在下100℃以上300℃以下に加熱する工程を有する請求項4又は5に記載のフェライト粉末の製造方法。

【請求項21】 金属塩水溶液にNH<sub>4</sub>OH溶液を加えた混合液を酸素存在下100℃以上300℃以下に加熱する工程は酸素を発生する酸化剤を加えた後加熱する工程を有する請求項20に記載のフェライト粉末の製造方法。

【請求項22】 沈澱物を含む液を濾過する工程を有する請求項1ないし21のいずれかに記載のフェライト粉末の製造方法。

【請求項23】 沈澱物を含む液を濾過する工程と、濾別された沈澱物を直接又は乾燥した後に熱処理を施す工程を有する請求項1ないし3又は6ないし17のいずれかに記載のフェライト粉末の製造方法。

【請求項24】 熱処理は500℃～1000℃で0.1～10時間である請求項23に記載のフェライト粉末の製造方法。

【請求項 25】 熱処理は 700℃～900℃で 1～5 時間である請求項 24 に記載のフェライト粉末の製造方法。

【請求項 26】 混合液から沈澱物を生成した後の該沈澱物を含有する混合液を噴霧乾燥する工程と、得られた粉末に熱処理を施す工程を有する請求項 1 ないし 3 又は 6 ないし 17 のいずれかに記載のフェライト粉末の製造方法。

【請求項 27】 熱処理は 500℃～1000℃で 0.1～10 時間である請求項 26 に記載のフェライト粉末の製造方法。

【請求項 28】 熱処理は 700℃～900℃で 1～5 時間である請求項 26 に記載のフェライト粉末の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、湿式法によるフェライト粉末の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 従来、Ni-Zn フェライトや Mn-Zn 等のフェライトの粉末を得るには、構成金属元素の酸化物や炭酸塩の粉末を混合し、その混合物を 800～1000℃で熱処理を行なう粉末冶金法による乾式法が行われているが、現在では 1000℃以上の高温で熱処理することが多く行われており、この方法により得られたフェライト粉末は電子部品用材、例えば磁性材としてのフェライト焼結体（磁性磁器）の原料として用いられている。この乾式法により得られるフェライト粉末は、その原料粉末を混合する工程や熱処理を行う工程を経て得られるので、これらの工程で不要な物質が混入し易く、結晶粒内の金属元素の分布も不均一となり、得られた磁器の電磁気特性、性能に悪影響を及ぼすのみならず、その混入した不純物が磁器を製造する際に焼結を阻害したりする。また、1000℃以上の高温で熱処理すると、その熱処理により生じた塊りを砕いて粉末とするので、その粉末粒子の形状、粒径が不均一になり、この粉末を電子顕微鏡で観察すると平均粒径が 0.1 μm～10 μm となって粒径分布も広い。このため、得られたフェライト粉末を用いて成型してもその粉末が均一に充填されず、また、成型体内に疎密が発生してしまう。この結果、その成型体を焼結して磁器を製造する際、磁器内部に空隙が残存したり、磁器中の結晶粒子の大きさが不均一になる。また、高温での熱処理は、粒子の不均一を招くだけでなく、粒子同士の凝結も起こさせる。このため、得られたフェライト粉末を用いて作成した成型体中に空隙が不均一に存在し、その組織における密度のばらつきも生じ、その成型体を焼結して得られた磁器は空隙が多く、その寸法制御も困難になる。さらに、高温での熱処理のための炉が必要であり、設備に費用がかかる。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 このような乾式法によるフェライト粉末では、最近の電子部品の小型化、高性能化の要請に伴う磁性粉末の高保磁力化の要求を満たすことができないので、不純物の混入が少なく、結晶粒内の組成が均一であり、粒径が小さく、粒径分布幅の狭いフェライト粉末であり、また、これを用いて磁器を得る際もその焼結を阻害せず、その得られた磁器にも空隙が生じ難く、寸法制御も容易であり、さらに炉を必要とすることなく得られるフェライト粉末が求められている。これらの要望を満たすものとして湿式法によりフェライト粉末を得る方法が検討されている。この湿式法は、フェライトの構成金属のイオン溶液にアルカリ金属の水酸化アルカリ溶液を加えてこれら金属を水酸化物として共沈させ、その沈澱物を乾燥させてフェライト粉末とするものが一般的である。しかしながら、この湿式法により得られたフェライト粉末は、組成が不均一になることは避け難く、所望の組成からずれることが多く、したがって組成の安定した粉末を製造することは難しい。組成が安定しないフェライト粉末を用いて得られたフェライト焼結体は電磁気特性が安定せず、使用し難い。また、アルカリ金属の水酸化アルカリを沈澱剤に用いるので、金属の水酸化物を共沈させる際にそのアルカリ金属の水酸化物を洗浄により除去するようにしてもその残存することを避けることができない。特に 2 成分以上からなる系のフェライト粉末を合成する場合、組成ずれが起き易いので、これを防ぐため高アルカリ性の条件で反応を行うことが多く、アルカリ金属の残存が一層多くなる。フェライト焼結体を薄膜に応用する場合等にはその組成の均一性が厳しく要求され、また、そのフェライト焼結体からなる成形体に電極を設ける場合等においてメッキを施す場合には、メッキを妨害させないことが要求されるので、フェライト粉末にアルカリ金属が残存することは好ましくなく、アルカリ金属の水酸化アルカリを使用しない湿式法によるフェライト粉末の製造方法の開発が望まれる。その解決方法として、金属アルコキシドから高純度、高品質のフェライト粉末が得られる合成方法が研究されているが、金属アルコキシドが高価であるため実用化には到っていない。

【0004】 本発明の第 1 の目的は、不純物が混入し難く、組成ずれがないフェライト粉末の製造方法を提供することにある。本発明の第 2 の目的は、不純物の混入により焼結が阻害されたり、電磁気特性に悪影響を及ぼすことのないフェライト粉末の製造方法を提供することにある。本発明の第 3 の目的は、アルカリ金属の残存がない高純度のフェライト粉末の製造方法を提供することにある。本発明の第 4 の目的は、組成に不均一性がないフェライト粉末の製造方法を提供することにある。本発明の第 5 の目的は、結晶相に異相のない単相の高品質のフェライト粉末の製造方法を提供することにある。本発明の第 6 の目的は、粒径が小さいフェライト粉末の製造方

法を提供することにある。本発明の第7の目的は、粒径分布が狭いフェライト粉末の製造方法を提供することにある。本発明の第8の目的は、凝結がなく、成型体を得たとき粉末が均一に充填し、その組織に疎密の生じ難いフェライト粉末の製造方法を提供することにある。本発明の第9の目的は、焼成した際結晶性の良いフェライト粉末の製造方法を提供することにある。本発明の第10の目的は、焼成した際結晶化度が高く、結晶粒子の大きさが均一な焼結体が得られるフェライト粉末の製造方法を提供することにある。本発明の第11の目的は、焼成した際空隙が少なく、焼結体の寸法制御が容易なフェライト粉末の製造方法を提供することにある。本発明の第12の目的は、上記第10の目的を生産性よく実現するフェライト粉末の製造方法を提供することにある。本発明の第13の目的は、炉を用いなくても得られるフェライト粉末の製造方法を提供することにある。本発明の第14の目的は、安価に得られるフェライト粉末の製造方法を提供することにある。

#### 【0005】

【課題を解決するための手段】本発明は、上記課題を解決するために、(1)、Sr、Ba、Pb、Zn、Ni、Mn、Co、Cu、Mg、Y、Al、Bi、Ti及びFeからなる群のFeとその他の少なくとも1種の金属のそれぞれの金属塩であり、かつFeについては2価のFeの金属塩であって、該それぞれの金属塩が硫酸塩、塩化物及び硝酸塩からなる群の少なくとも1種である金属塩を含有する金属塩水溶液を得る工程と、該金属塩水溶液に0.05～5.0mol/lのNH<sub>4</sub>OH溶液を加えることにより沈澱物を生成する工程を有するフェライト粉末の製造方法を提供するものである。

【0006】また、(2)、Ba、Zn、Mn、Ni、Y、Cu及びFeからなる群のFeとその他の少なくとも1種の金属のそれぞれの金属塩であり、かつFeについては2価のFeの金属塩であって、該それぞれの金属塩が硫酸塩、塩化物及び硝酸塩からなる群の少なくとも1種である金属塩を含有する金属塩水溶液を得る工程と、該金属塩水溶液に0.05～5.0mol/lのNH<sub>4</sub>OH溶液を加えることにより沈澱物を生成する工程を有するフェライト粉末の製造方法、(3)、NH<sub>4</sub>OH溶液の濃度は0.1～3.0mol/lである上記

(1)又は(2)に記載のフェライト粉末の製造方法、(4)、2価のFeの金属塩のFe<sup>2+</sup>をFe<sup>3+</sup>として計算し金属塩水溶液中の金属イオンに対してNH<sub>4</sub>OH溶液を0.8当量より多く3当量未満加える上記(1)ないし(3)のいずれかに記載のフェライト粉末の製造方法、(5)、2価のFeの金属塩のFe<sup>2+</sup>をFe<sup>3+</sup>として計算し金属塩水溶液中の金属イオンに対してNH<sub>4</sub>OH溶液を0.8当量より多く2.5当量未満加える上記(1)ないし(3)のいずれかに記載のフェライト粉末の製造方法、(6)、2価のFeの金属塩のFe<sup>2+</sup>をF

e<sup>3+</sup>として計算し金属塩水溶液中の金属イオンに対してNH<sub>4</sub>OH溶液を0.8～1.2当量加える上記(1)ないし(3)のいずれかに記載のフェライト粉末の製造方法、(7)、2価のFeの金属塩のFe<sup>2+</sup>をFe<sup>3+</sup>として計算し金属塩水溶液中の金属イオンに対してNH<sub>4</sub>OH溶液を1.0当量加える上記(1)ないし(3)のいずれかに記載のフェライト粉末の製造方法、(8)、金属塩水溶液にNH<sub>4</sub>OH溶液を加える操作は2価のFeの金属塩のFe<sup>2+</sup>がFe<sup>3+</sup>になるに十分な酸素存在下で行う上記(1)ないし(3)のいずれか又は(6)又は(7)に記載のフェライト粉末の製造方法、(8)、金属塩水溶液にNH<sub>4</sub>OH溶液を加えることにより沈澱物を生成する工程は金属塩水溶液にNH<sub>4</sub>OH溶液を加えた混合液を攪拌する工程を有する上記(1)ないし(3)のいずれか又は(6)ないし(8)のいずれかに記載のフェライト粉末の製造方法、(10)、攪拌は毎分300～3000回転である上記(9)に記載のフェライト粉末の製造方法、(11)、攪拌は毎分500～2000回転である請求項9に記載のフェライト粉末の製造方法、(12)、金属塩水溶液にNH<sub>4</sub>OH溶液を加えることにより沈澱物を生成する工程は該金属塩水溶液にNH<sub>4</sub>OH溶液を加えた混合液を常圧下で加熱する工程を有する上記(1)ないし(3)のいずれか又は(6)ないし(11)のいずれかに記載のフェライト粉末の製造方法、(13)、加熱は0～40℃で3～10時間である上記(12)に記載のフェライト粉末の製造方法、(14)、加熱は10～30℃で3～7時間である上記(12)に記載のフェライト粉末の製造方法、(15)、沈澱物を熟成する工程を有する(1)ないし(3)のいずれか又は(6)ないし(14)のいずれかに記載のフェライト粉末の製造方法、(16)、熟成を80～100℃で行う請求項15に記載のフェライト粉末の製造方法、(17)、熟成を80～90℃で1～5時間行う(15)に記載のフェライト粉末の製造方法、(18)、金属塩水溶液にNH<sub>4</sub>OH溶液を加えることにより沈澱物を生成する工程は該金属塩水溶液にNH<sub>4</sub>OH溶液を加えた混合液を酸素存在下60℃以上100℃以下に加熱する工程を有する上記(4)又は(5)に記載のフェライト粉末の製造方法、(19)、金属塩水溶液にNH<sub>4</sub>OH溶液を加えた混合液を酸素存在下60℃以上100℃以下に加熱する工程は該混合液と酸素含有量0.1%以上のガスとの気液接触を行わせる工程を有する上記(18)のフェライト粉末の製造方法、(20)、金属塩水溶液にNH<sub>4</sub>OH溶液を加えることにより沈澱物を生成する工程は該金属塩水溶液にNH<sub>4</sub>OH溶液を加えた混合液を酸素存在下100℃以上300℃以下に加熱する工程を有する上記(4)又は(5)に記載のフェライト粉末の製造方法、(21)、金属塩水溶液にNH<sub>4</sub>OH溶液を加えた混合液を酸素存在下100℃以上300℃以下に加熱する工程は酸素を発生する酸

化剤を加えた後加熱する工程を有する上記(20)に記載のフェライト粉末の製造方法、(22)、沈澱物を含む液を濾過する工程を有する上記(1)ないし(21)のいずれかのフェライト粉末の製造方法、(23)、沈澱物を含む液を濾過する工程と、濾別された沈澱物を直接又は乾燥した後熱処理を施す工程を有する上記

(1)ないし(3)又は(6)ないし(17)のいずれかのフェライト粉末の製造方法、(24)、熱処理は500℃～1000℃で0.1～10時間である上記(23)のフェライト粉末の製造方法、(25)、熱処理は700℃～900℃で1～5時間である上記(24)のフェライト粉末の製造方法、(26)、混合液から沈澱物を生成した後の該沈澱物を含有する混合液を噴霧乾燥する工程と、得られた粉末に熱処理を施す工程を有する上記(1)ないし(3)又は(6)ないし(17)のいずれかのフェライト粉末の製造方法、(27)、熱処理は500℃～1000℃で0.1～10時間である上記(26)のフェライト粉末の製造方法、(28)、熱処理は700℃～900℃で1～5時間である上記(26)のフェライト粉末の製造方法を提供するものである。

【0007】上記(1)、(2)において、「金属塩水溶液に0.05～5.0mol/lのNH<sub>4</sub>OH溶液を加えることにより沈澱物を生成する工程」を「金属塩水溶液に0.05～5.0mol/lのNH<sub>4</sub>OH溶液を加えた混合液からFe<sup>2+</sup>をFe<sup>3+</sup>に変化させることにより沈澱物を生成する工程」とすることもできる。本発明において、「Sr、Ba、Pb、Zn、Ni、Mn、Co、Cu、Mg、Y、Al、Bi、Ti及びFeからなる群のFeとその他の少なくとも1種の金属のそれぞれの金属塩であり、かつFeについては2価のFeの金属塩であって、該それぞれの金属塩が硫酸塩、塩化物及び硝酸塩からなる群の少なくとも1種である金属塩を含有する金属塩水溶液」とは、得ようとするフェライト粉末の組成にしたがって、2価のFeの硫酸塩、塩化物及び硝酸塩の内の1種又は2種以上と、上記のその他の1種又は2種以上の金属の硫酸塩、塩化物及び硝酸塩の内の1種又は2種以上との組み合わせからなる金属塩を含有する金属塩溶液をいい、具体的には所望のフェライト、例えばFeと、Ni-Zn、Ni-Cu-Zn、Mn-Zn、Mg-Cu-Zn、Co-Cu-Zn、Mn-Mg-Zn、Ni-Cu-Co、Ba-Sr、Ba-Pb、Sr-Pb、Y-Alのそれぞれの金属構成元素に従って上記の金属塩を組み合わせ用いる。なお、金属塩を含有する金属塩溶液とは、上記の外の微量の元素の塩(3価のFeも含む)その他の化合物を実質的に支障のない範囲で含んでもよい。上記金属塩のうち、Feについては上述したが、その他の金属についてはそれぞれの金属が取り得る全てのイオン価の塩を用いることができる。この場合各塩は1種類でも良いが2種類以上でも

良い。

【0008】上記金属塩溶液に加えるNH<sub>4</sub>OH(アンモニア水(NH<sub>3</sub>+H<sub>2</sub>O))の濃度は、0.05～5.0mol/lが好ましく、より好ましくは0.1～3.0mol/lである。0.05mol/lより小さければその金属塩溶液のNH<sub>4</sub>OHによる反応生成物である沈澱物が生じ難く、また、5.0mol/lより大きければその金属塩溶液の金属イオンがアンモニウム錯体を作り沈澱しないため、組成制御ができず、最終的に得られるフェライト粉末の組成ずれが生じる。そのフェライト粉末の組成ずれを起こさず、経済的に最も適当な濃度は、0.1～3.0mol/lがより好ましい。NH<sub>4</sub>OHの濃度が上記のように適当であると、その加え方を少量づつにして沈澱を順次生じさせることにより、ほぼ全金属の化合物が沈澱した後はNH<sub>4</sub>OHの量が多くなっても沈澱を再溶解することがないようにできるが、特に一度に加える場合には加えるNH<sub>4</sub>OHの量は、上記金属塩溶液の金属イオンに対して0.8～1.2当量、特に1.0当量であることがより好ましく、この範囲より少ないとその金属塩溶液のNH<sub>4</sub>OHによる反応生成物である沈澱物が生じ難いが、この範囲より多い1.2当量より多く3当量未満の場合でも有効であり、特に後述するように反応温度等の条件を選択することによりこれらの拡大された範囲も好ましく、結局、0.8当量より多く3当量未満、好ましくは0.8当量より多く2.5当量未満の範囲で使用できるが、その当量数が多過ぎると上記と同様に得られるフェライト粉末に組成ずれを起こすことがある。

【0009】組成ずれの大きな原因となる、金属イオンがアンモニウム錯体を生成することにより沈澱しないことを抑制するために、上記金属塩溶液には2価のFeの金属塩を含有させ、Fe<sup>2+</sup>をFe<sup>3+</sup>に変化させる過程で上記沈澱物を生じさせるが、そのためにはFe<sup>2+</sup>がFe<sup>3+</sup>になる酸化条件下、例えば十分な酸素の存在が必要であり、具体的には例えばこの金属塩溶液とNH<sub>4</sub>OHの混合液やその雰囲気との少なくとも一方に酸素が存在するようにすることが簡便な方法であるので好ましい。このようにすると、2価の鉄イオンFe<sup>2+</sup>は、周囲の酸素により容易に3価の鉄イオンFe<sup>3+</sup>に変化し、この3価の鉄イオンFe<sup>3+</sup>は水酸化物を生成する際、ゲル化し、他の金属水酸化物や他の金属のアンモニウム錯体をそのゲル中に取り込むので、沈澱とならない金属原子をそのゲル中に取り込んで沈澱を生成することができるため、最終的に得られるフェライト粉末の組成ずれを抑制することができる。上記NH<sub>4</sub>OHの濃度はこの点からも重要である。この場合、Feの金属塩としては3価のFeの金属塩を原料に用いると、3価の鉄イオンFe<sup>3+</sup>は2価の鉄イオンFe<sup>2+</sup>ほどは上記NH<sub>4</sub>OHの濃度のpH範囲における溶解度が大きくないので、他の金属イオンが錯体や水酸化物を生成する前に急激にゲル化を生じ

ることがあるため、最終的に得られるフェライト粉末の組成ずれを生じる危険があり、その制御が難しい。しかし、3価のFeの金属塩を2価のFeの上記金属塩とともに支障のない範囲で併用することもできる。上記金属塩溶液とNH<sub>4</sub>OHの混合液やその雰囲気中の少なくとも一方に酸素が存在するようにすると、後述するようにその混合液を攪拌、特に高速攪拌する際に雰囲気中の酸素を取り込むようにするか、その混合液中に酸素含有ガスを吹き込むかのいずれか一方あるいは両方を併用する等の気液接触方法を用いることができ、また、Fe<sup>2+</sup>をFe<sup>3+</sup>に変化させるには他の過酸化水素、オゾン、塩素等の酸化剤、電気化学的方法もある。この場合の雰囲気、酸素含有ガスは酸素のみの場合、酸素と不活性ガスの混合ガス、空気のいずれでも良い。このように2価のFeの上記金属塩を含有する金属塩溶液とNH<sub>4</sub>OHとの反応を酸素含有雰囲気下、溶液中の溶存酸素存在下で行ってFe<sup>2+</sup>をFe<sup>3+</sup>に酸化しながらその反応を進めると、Fe<sup>2+</sup>はFe<sup>3+</sup>として計算できるため、NH<sub>4</sub>OHの量はFe<sup>3+</sup>に見合う量とすることができる。この際、空気中で反応させると、乾式法の場合よりも製造設備を簡素化することができる。

【0010】最終的に得られるフェライト粉末の組成ずれや粒子の組成の不均一性をなくすためには、特にNH<sub>4</sub>OHを加える量が上記金属塩溶液の金属イオンに対して0.8~1.2当量の場合には、上記金属塩溶液とNH<sub>4</sub>OHの混合液を攪拌、特に高速攪拌して反応を行わせることが好ましい。この高速攪拌によりその混合液中で上記NH<sub>4</sub>OHの濃度のpH範囲における溶解度の低い金属イオンの水酸化物の結晶の核成長を抑制することができる。この高速攪拌によりその組成ずれを例えば0.001モル比以内に抑えることができる。その高速攪拌速度は300rpm（毎分の回転数）以上が好ましく、より好ましくは500rpm以上である。300rpmより遅いと後述の熱処理を経て得られるフェライト粉末が例えばスピネル単相とならず、ヘマタイトの異相が生じて保磁力等の電気磁気特性を悪くする。3000rpmより大きくすると反応槽の規模を大きくできず、生産性を悪くする。最終的に得られるフェライト粉末に異相ができず組成ずれが生ぜず、その生産性の低下しない最も適当な攪拌の回転数は3000rpm以下が好ましく、より好ましくは2000rpm以下である。

【0011】後述の熱処理を経て得られるフェライト粉末に組成ずれを起こさず、結晶相を例えばスピネル相の単相にするためには反応を起こさせる反応時間は、NH<sub>4</sub>OHを加える量が上記金属塩溶液の金属イオンに対して0.8~1.2当量である場合には、3時間以上が好ましく、3時間より短いと異相を生じ易く、組成ずれを生じ易い。反応時間が長過ぎてもその反応生成物の後述の熱処理による結晶性の向上は見られないので生産性の点から反応時間は10時間以内とすることが好ましい。

例えばスピネル単相等の単相のフェライト粉末が得られる生産性を考慮すると反応時間は5~7時間が最も適当である。その反応は加熱下で行っても良く、0~40℃の場合は反応時間は3~10時間、10~30℃の場合は反応時間は3~7時間が好ましい。反応温度を60℃以上100℃以下にする場合、100℃より大きく300℃以下にする場合でも良く、前者の場合は酸素含有量0.1%（体積%）以上のガスを吹き込む等により気液接触（濡れ壁搭や充填材を用いた向流接触装置等の装置も用いられる）を行わせることがより好ましく、後者の場合は過酸化水素等の酸化剤、特に酸素を発生する酸化剤の存在下に反応を行わせることがより好ましい。いずれも反応時間は3~10時間が好ましい。これらの場合には、NH<sub>4</sub>OHを加える量が上記金属塩溶液の金属イオンに対して0.8当量より多く3当量未満である場合でも好ましい。NH<sub>4</sub>OHを加える量が上記金属塩溶液の金属イオンに対して0.8~1.2当量である場合には、得られた反応生成物を後述の焼成工程により結晶化するその結晶性を向上させるためにはその反応後熟成を行うことが好ましいが、その温度は生産設備の簡素化がはかられる点から100℃以下が好ましいが、その結晶性が向上されるためには80℃以上に加熱することが好ましい。最も適当な熟成温度は80~90℃である。その熟成時間としては1時間以上とすることがその十分な結晶性あるフェライト粉末を得るために好ましいが、生産性を考慮すると3時間以下が好ましい。

【0012】得られた反応生成物をその含有液から分離するには、その液をフィルタープレス等により濾過し、その反応生成物の沈澱物を濾別することで十分である。濾別した沈澱物は、反応温度を60℃以上100℃以下にする場合、100℃より大きく300℃以下にする場合は、風乾、加熱乾燥させるだけでも良いが、それ以外の上記の場合には、そのまま後続の熱処理を行っても良いが、風乾、加熱乾燥させることも好ましい。このように分離した沈澱物は、特に後者の場合アモルファスであるため、熱処理により結晶化させる必要があるが、乾燥後の粉末の熱処理は、生産性を考慮し、500℃~1000℃で0.1時間~10時間加熱することが好ましく、より好ましくは700℃~900℃で1時間~5時間である。また、乾燥は上記反応生成物の沈澱を含有する含有液を噴霧する噴霧乾燥であっても良く、その乾燥は生産設備等を考慮すると、500℃以下が好ましい。得られた粉末には使用した金属塩の陰イオンのアンニウム塩が付着するが、その粉末を500℃~1000℃で0.1時間~10時間、好ましくは700℃~900℃で1時間~5時間熱処理することによりそのアンニウム塩を十分に揮散除去できる。噴霧乾燥を行うことの利点としては、乾燥物の粉末が球状のため取扱いが良く、その後の処理が容易になることである。

【0013】このようにして最終的に得られるフェライ

ト粉末は、粒子間に凝結がなく、その平均粒径を0.5  $\mu\text{m}$ 以下、例えば0.05  $\mu\text{m}$ ~0.5  $\mu\text{m}$ に制御することができ、その粒子径を小さく、その分布幅も $\pm 20\%$ 以内と狭くすることができる。特に乾式法により得られるフェライト粉末に比べてその粒径を小さく、その分布を狭くすることができる。このように粒子径が小さい微粉が得られるため、例えばコアのような具体的用途に成型した成型体は粉末が均一に充填され、その組織に疎密が生じ難く、後に熱処理によりセラミックス（焼結体からなる磁器）とすると、その結晶粒径は小さく、均一となり、疎密のばらつきも小さくなるためその機械的強度が高くなり、割れ難くなり、また、空隙も少なく、寸法制御も容易になるとともに、その焼結温度が通常の粉末冶金法により得られるフェライト粉末に比べて低くなり、900℃以下でも焼結させることができる。また、金属塩溶液の沈澱剤として $\text{NH}_4\text{OH}$ を使用し、アルカリ金属の水酸化アルカリを使用しなかったため、最終的に得られるフェライト粉末の純度が高い。また、磁性粉末の磁気特性として重要となる保磁力は、粒径が小さくなっていく過程で最大値をとり、その後は減少し、その最大保磁力を示す粒径はフェライト組成に依存するが、上記のように最終的に得られるフェライト粉末の平均粒径を0.5  $\mu\text{m}$ 以下に制御できるので、そのフェライト組成を制御することにより保磁力が最大となるようにフェライト粉末を製造することができる。

【0014】本発明によるフェライト粉末は、上記したように低温焼成が可能であるので、セラミックスの低温焼成材料として有効であり、例えば積層インダクターやその他の積層LC部品等の磁性材料を使用した磁性体部品の製造において回路パターンをAg、Ag-Pd、Cu等の比較的低融点導体材料からなる膜により形成する場合に、素地部分とその回路パターンの部分の未焼成材料を同時に焼成することができる。また、セラミックスとしたとき、結晶粒が微粒であり均一であるため、保磁力等の磁気特性の優れたフェライトコア、フェライト磁石、高周波素子等の作成が可能となる。また、高性能の磁気特性を示すので、酸化鉄磁性粉のみならず金属磁性粉を使用した磁気記録媒体や磁性流体への応用も可能であり、さらに樹脂溶液に対する分散性も優れるので、コロイド状とすることができ、その塗布により薄膜を形成することにも優れ、さらに磁性薄膜としても有望である。

#### 【0015】

【作用】現行の乾式法では、構成金属元素の化合物を混合する工程、所望の結晶相を得るための熱処理工程、熱処理した粉末を整粒する解砕工程があり、これら工程で不純物が混入することがあるが、湿式法によりこれらの工程を一元化することでその不純物の混入を防止することができることとともに、高温の熱処理をしないで済むので粒子の凝結を少なくできる。また、金属塩溶液から金

属化合物の沈澱物を生じる反応を起こさせるアルカリに一定濃度の $\text{NH}_4\text{OH}$ を用い、Feの金属塩に2価のFeの金属塩を用い、 $\text{Fe}^{2+}$ を $\text{Fe}^{3+}$ に変化させることによりその金属化合物の沈澱物を生じさせるようにしたので、金属塩溶液の金属イオンがアンモニウム錯体を作って沈澱を生じないことを抑制することができ、その沈澱物を生じ易くするため、後工程を経て得られるフェライト粉末の組成ずれを起こし難くすることができる。この組成ずれは反応温度、酸化条件、高速攪拌、金属イオンに対する当量比の条件を選択することによりさらに改善される。また、沈澱を起こさせる際高速攪拌すると、粒子の組成の均一化もはかられ、異相もないようにできる。また、アルカリ金属の水酸化アルカリを沈澱剤に用いた場合にはその金属が沈澱物に取り込まれるため残存してしまうのに比べて、得られるフェライト粉末には支障のある不純物の残留が無いようにできる。また、上記沈澱物を熟成すると後に焼成することにより結晶化するその結晶性を高めることができる。特に反応温度を高くすると、酸素の反応液への吹き込みや、過酸化水素のような酸素発生剤を反応液に加えることにより、金属塩溶液の金属イオンに対して加えるアンモニアの当量数を多くすることができ、上記の高速攪拌、熟成、熱処理を行なわないで済ませることができる。

#### 【0016】

【実施例】次に本発明の実施例を説明する。

#### 実施例1

硫酸鉄(II)(2価のFeの硫酸塩、すなわち硫酸第1鉄( $\text{FeSO}_4$ ))0.1mol、硫酸亜鉛( $\text{ZnSO}_4$ )0.03mol、硫酸マンガン( $\text{MnSO}_4$ )0.02molを蒸留水1リットルに溶解し、金属塩溶液を調製する。この溶液を空気雰囲気下20℃、800rpmで攪拌しながら、0.4mol/リットルの $\text{NH}_4\text{OH}$ を加え、その後20℃で6時間攪拌を継続した。この後、90℃で5時間熟成してから、生成した沈澱物を濾紙で濾別した。濾液をICP(Inductivity Coupled Plasma)により分析したところ、Fe、Mn、Znの合計の検出値は5ppm以下であった。この濾液の全量より失った全金属の絶対量が算出され、一方当初の仕込み全金属量がわかるので、これから計算すると、得られた沈澱物の金属組成の当初の上記金属塩溶液の金属組成からのずれは、0.001モル比以下となることがわかる。この程度であると実用的には組成ずれがないとして扱える。得られた沈澱物を未乾燥のまま750℃で2時間熱処理することによりフェライト粉末を得た。この粉末について保磁力をVSM(Vibration Sample Magnetmeter)にて評価したところ10エールステッド(単位は0eの0にウムラウトがある。)であった。また、X線回折(CuK $\alpha$ 線使用、以下同様)を行った結果を図1に

示す。この図の○印のピークからスピネル単相となっていることが確認できた。また、電子顕微鏡写真(倍率10万倍)により各粒子を実測し、電子顕微鏡の倍率から計算した結果、平均粒径は約0.1 $\mu$ mであり、粒径分布は0.9 $\mu$ m~1.2 $\mu$ mであることがわかる。出発原料のMn、Znの化合物をNi、Co、Mg、Ti、Biの各化合物から選んだものとしても同様の結果が得られた。合成した粒子内の組成を分析電子顕微鏡で確認したところ組成の不均一は見られなかった。合成した粉末を塩酸に溶解し、ICPで定性分析したところ、Fe、Mn、Zn以外の元素は検出されなかった。

#### 【0017】実施例2

塩化鉄(II)(2価のFeの塩酸塩、すなわち塩酸第1鉄(FeCl<sub>2</sub>))0.12mol、塩化バリウム(BaCl<sub>2</sub>)0.01molを蒸留水1リットルに溶解し、金属塩溶液を調製する。この溶液を空気雰囲気下20℃、1000rpmで攪拌しながら、0.38mol/リットルのNH<sub>4</sub>OHを1リットル(全金属イオンに対して1当量)加え、その後20℃で3時間空気を吹き込みながら攪拌を続けた。この後、90℃で3時間熟成してから、生成した沈澱物を濾紙で濾別した。濾液をICPにより分析したところ、Fe、Baの合計の検出値は5ppm以下であった。この濾液の全量より失った全金属の絶対量が算出され、一方当初の仕込み全金属量がわかるので、これらから計算すると、得られた沈澱物の金属組成の当初の上記金属塩溶液の金属組成からのずれは、0.001モル比以下となることがわかる。この程度であると実用的には組成ずれがないとして扱える。得られた沈澱物を未乾燥のまま850℃で1時間熟成することによりフェライト粉末を得た。この粉末について保磁力をVSMにて評価したところ2800エールステッドであった。また、実施例1と同様にX線回折を行った結果マグネトブラナイト単相であることがわかり、実施例1と同様に電子顕微鏡写真を撮ったところ、平均粒径は0.15 $\mu$ m、粒径分布は0.1 $\mu$ m~0.2 $\mu$ mであることがわかった。出発原料のBaの化合物をSr、Pbの各化合物から選んだものとしても同様の結果が得られた。合成した粒子内の組成を分析電子顕微鏡で確認したところ組成の不均一は見られなかった。合成した粉末を塩酸に溶解し、ICPで定性分析したところ、Fe、Ba以外の元素は検出されなかった。

#### 【0018】実施例3

硫酸鉄(II)0.1mol、硝酸イットリウム(Y(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>)0.02molを蒸留水1リットルに溶解し、金属塩溶液を調製する。この溶液を空気雰囲気下20℃、1000rpmで攪拌しながら、0.36mol/リットルのNH<sub>4</sub>OHを1リットル(全金属イオンに対して1当量)加え、その後20℃で5時間攪拌を続けた。この後、90℃で5時間熟成してから、生成した沈澱物を濾紙で濾別した。濾液をICPにより分析した

ところ、Fe、Yの合計の検出値は5ppm以下であった。この濾液の全量より失った全金属の絶対量が算出され、一方当初の仕込み全金属量がわかるので、これらから計算すると、得られた沈澱物の金属組成の当初の上記金属塩溶液の金属組成からのずれは、0.001モル比以下となることがわかる。この程度であると実用的には組成ずれがないとして扱える。得られた沈澱物を未乾燥のまま900℃で3時間熟成することによりフェライト粉末を得た。この粉末について飽和磁化をVSMにて評価したところ20emu/gであった。また、実施例1と同様にX線回折を行った結果ガーネット単相であることがわかり、実施例1と同様に電子顕微鏡写真を撮ったところ、平均粒径は0.3 $\mu$ m、粒径分布は0.27 $\mu$ m~0.35 $\mu$ mであることがわかった。出発原料にAl化合物を加えても同様の結果が得られた。合成した粒子内の組成を分析電子顕微鏡で確認したところ組成の不均一は見られなかった。合成した粉末を塩酸に溶解し、ICPで定性分析したところ、Fe、Y以外の元素は検出されなかった。

#### 【0019】実施例4

硝酸鉄(2価のFeの硝酸塩、すなわち硝酸第1鉄(Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>))0.2mol、硫酸亜鉛(ZnSO<sub>4</sub>)0.03mol、硫酸ニッケル(NiSO<sub>4</sub>)0.065mol、硫酸銅(CuSO<sub>4</sub>)0.005molを3リットルのビーカーに秤取り、これに水1リットルを加えて金属塩溶液を調製する。この溶液を20℃、1000rpmで攪拌し、0.96mol/リットルのNH<sub>4</sub>OHを1l(金属イオンに対して1.2当量)を加え、室温で5時間反応させた後、80℃で2時間熟成した。沈澱物を濾別し、80℃で3時間乾燥し、粉末を得た。得られた粉末の金属組成を蛍光X線で確認したところ、Ni<sub>0.650</sub>Zn<sub>0.300</sub>Cu<sub>0.005</sub>Fe<sub>2.000</sub>となった。飽和磁化( $\sigma_s$ )はVSMにて評価したところ8emu/gであり、比表面積からの粒径は12nmであった。X線回折を行った結果を図2に示す。この図の○印のピークからスピネル単相となっていることが確認できた。

#### 【0020】実施例5

Ni<sub>0.5</sub>Zn<sub>0.5</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>となるようFe、Ni、Znの各硫酸塩(Feは2価の硫酸塩)を水に溶解し、金属イオンに対して2当量のNH<sub>4</sub>OHを加えた。この混合液を90℃に加熱し、コンプレッサーで空気を混合液中に導入した。10時間反応させた後、混合液を濾過し、乾燥してフェライト粉末を得た。ICP分析より、粉末の組成はNi<sub>0.5</sub>Zn<sub>0.5</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>となり、X線回折よりスピネル単相であることが分かった。TEM(Transmission Electron Microscopy)観察より、粒子間に凝結のない、粒径0.2 $\mu$ mの均一な立方状のNi-Znフェライトが合成された。



## 【0021】実施例6

Mn<sub>0.5</sub> Zn<sub>0.5</sub> Fe<sub>2</sub> O<sub>4</sub> となるようFe、Mn、Znの各硫酸塩(Feは2価の硫酸塩)を水に溶解し、金属イオンに対して2.2当量のNH<sub>4</sub> OHを加えた。この混合液を80℃に加熱し、酸素ポンプより酸素を混合液中に導入した。5時間反応させた後、混合液を濾過し、乾燥してフェライト粉末を得た。ICP分析より、粉末の組成はMn<sub>0.5</sub> Zn<sub>0.5</sub> Fe<sub>2</sub> O<sub>4</sub> となり、X線回折よりスピネル単相であることが分かった。TEM観察より、粒子間に凝結のない、粒径0.5μmの均一な立方状のMn-Znフェライトが合成された。

## 【0022】実施例7

Ni<sub>0.5</sub> Zn<sub>0.5</sub> Fe<sub>2</sub> O<sub>4</sub> となるようFe、Ni、Znの各硫酸塩(Feは2価の硫酸塩)を水に溶解し、金属イオンに対して2当量のNH<sub>4</sub> OHを加えた。この混合液を200℃に加熱した。8時間反応させた後、混合液を濾過し、乾燥してフェライト粉末を得た。ICP分析より、粉末の組成はNi<sub>0.5</sub> Zn<sub>0.5</sub> Fe<sub>2</sub> O<sub>4</sub> となり、X線回折よりスピネル単相であることが分かった。TEM観察より、粒子間に凝結のない、粒径0.05μmの均一な立方状のNi-Znフェライトが合成された。

## 【0023】実施例8

Ni<sub>0.5</sub> Zn<sub>0.5</sub> Fe<sub>2</sub> O<sub>4</sub> となるようFe、Ni、Znの各硫酸塩(Feは2価の硫酸塩)を水に溶解し、金属イオンに対して2当量のNH<sub>4</sub> OHを加えた。この混合液に過酸化水素水(10重量%)を加え、200℃に加熱した。8時間反応させた後、混合液を濾過し、乾燥してフェライト粉末を得た。ICP分析より、粉末の組成はNi<sub>0.5</sub> Zn<sub>0.5</sub> Fe<sub>2</sub> O<sub>4</sub> となり、X線回折よりスピネル単相であることが分かった。TEM観察より、粒子間に凝結のない、粒径0.3μmの均一な立方状のNi-Znフェライトが合成された。

## 【0024】比較例1

硝酸鉄(III)(3価のFeの硝酸塩、すなわち硝酸第2鉄(Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>))0.1mol、硝酸亜鉛(Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>)0.03mol、硝酸マンガ( Mn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> )0.02molを蒸留水1リットルに溶解し、金属塩溶液を調製する。この溶液を空気雰囲気下20℃、800rpmで撹拌しながら、0.4mol/リットルのNH<sub>4</sub> OHを1リットル(全金属イオンに対して1当量)加え、その後20℃で10時間撹拌を継続した。この後、生成した沈澱物を濾紙で濾別した。濾液をICPにより分析したところ、Mnが1000ppm以上、Znが420ppm検出された。この濾液の全量より失った全金属の絶対量が算出され、一方当初の仕込み全金属量がわかるので、これらから計算すると、得られた沈澱物の金属組成の当初の上記金属塩溶液の金属組成からのずれは、0.05モル比以上となることがわかる。この程度であると実用的には組成ずれがあるとして扱う。得

られた沈澱物を未乾燥のまま900℃で3時間熱処理することによりフェライト粉末を得た。この粉末について保磁力をVSMにて評価したところ3エールステッドであった。また、実施例1と同様にX線回折を行った結果、スピネル相とコランダム相であることがわかり、実施例1と同様に電子顕微鏡写真を撮ったところ、平均粒径は0.3μm、粒径分布は0.1μm~0.7μmであることがわかった。

## 【0025】比較例2

固相法(乾式法)でNi<sub>0.5</sub> Zn<sub>0.5</sub> Fe<sub>2</sub> O<sub>4</sub> を作製すべく、α-Fe<sub>2</sub> O<sub>3</sub>、ZnO、NiOを所定比に秤量し、水と直径1mmの鉄球を用い、ボールミル法により混合した。乾燥後、1000℃で2時間熱処理し、水、ボールミル法により解砕した。得られた粉末は、ICP分析よりFe、Crの不純物があり、TEM観察より平均粒径2μmの粒径分布の広い、粒子間に凝結があるNi-Znフェライト粉末であった。

【0026】本発明は、上記金属塩溶液の沈澱剤としてNH<sub>4</sub> OHを使用した場合、NH<sub>4</sub> OHの使用量が多すぎることにより高アルカリ性であった場合に、金属イオンがアンモニウムイオンを生成し、沈澱を生じ難いという課題を解決するために、NH<sub>4</sub> OHの濃度、使用量のいずれか一方又は両方の選択、反応温度、酸化剤の有無により金属イオンのアンモニウムイオンによる生成を抑制し、その沈澱を生じ易くしたということもできる。

## 【0027】

【発明の効果】本発明によれば、所定の金属塩溶液から沈澱を生じさせる沈澱剤として一定濃度のアンモニア水を用い、化学当量の条件を管理するようにしたので、従来の乾式法のように各工程からの不純物の混入がなく、また、従来の湿式法と異なりアルカリ金属等の不純物のない高純度かつ組成ずれのないフェライト粉末が得られ、これらの性質は高速撹拌、金属イオンに対するアンモニア水の当量比を選択することによりさらに改善され、また、高速撹拌することにより組成の均一な異相のない高品質の粉末を得ることができ、このようなフェライト粉末を原料にして得られたフェライト焼結体からなる磁性材の保磁力等の電気磁気特性や機械的特性を向上することができるとともに、安定化することができる。また、上記沈澱物を熟成することにより後続の焼成により得られるフェライト粉末の結晶化度を高めることができ、上記の特性をさらに改善できる。この際、反応温度や酸化条件を選択することにより、上記の高速撹拌を特に必要とすることなく、金属イオンに対するアンモニア水の当量比の選択幅を広げることができ、熟成やその後の熱処理も特に必要としないようにでき、しかも上記の電気磁気特性や機械的特性を向上することができるとともに、安定化することができ、高性能、高機能な部品材料としての使用を可能とすることができる。このように

して得られたフェライト粉末は、均一な粒子径を持ち、微細で粒子同士の凝結がないため、成型体を得る際には粉末の充填が均一になり、その焼結体も均一な結晶粒径を持ち、通常より低温で緻密なセラミックスが得られるようになった。また、原料もコストの安い金属塩やアンモニア水を用い、しかも空气中、常圧下で反応を行なうことができるので簡素な生産設備で生産することができ、反応温度等の条件を選べば工程は沈澱生成の1工程を主なものとして100℃以下の低温で製造でき、乾式法のように1000℃以上の高温を得るための炉を特に必要とはせず、その製造コストを低減できる。また、本発明のフェライト粉末は粒径が小さいので、これを原料にしたフェライト焼結体が通常の焼成温度より低温で得られ、低融点金属と同時焼成が可能であり、その焼結体を得る際にその未焼成材料とともに同時に焼成して電極や回路パターン等の導体部を形成させることができ、低温焼成材料として最適である。これは純度が高いことと

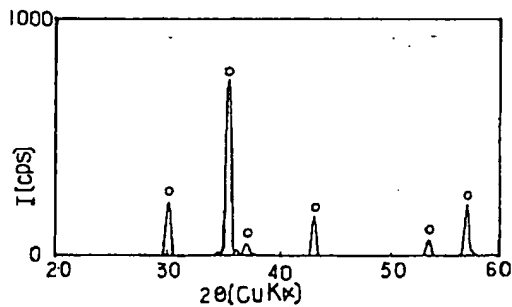
併せてさらにその適性が高められる。また、本発明のフェライト粉末は粒径が小さいので、均一な結晶粒で緻密なフェライト焼結体を製造可能であり、その機械的強度が大きいたとも、保磁力等の電気磁気特性も高めることができ、高性能の例えば各種のインダクター、コイル、LC部品、磁石、磁気記録媒体用磁性体、磁性流体、磁気シールド等の部品、部材を提供することができる。また、樹脂等に対する分散性も優れるので薄膜やメッキの材料としても有望である。これらの性能はフェライト粉末の粒径分布の幅が狭いことにより一層高められる。そして、上記の性能は、組成ずれがないこと、組成の不均一性がないことと併せてより一層高められる。

#### 【図面の簡単な説明】

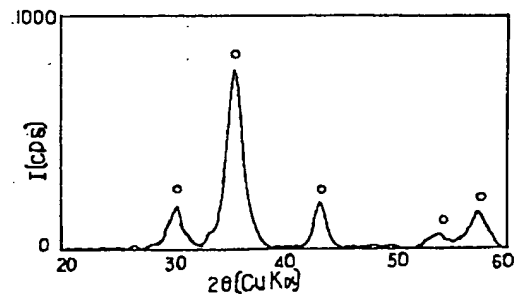
【図1】本発明の第1の実施例の方法により得られたフェライト粉末のX線回折線図である。

【図2】本発明の第4の実施例の方法により得られたフェライト粉末のX線回折線図である。

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(51)Int. Cl.<sup>6</sup>

識別記号 庁内整理番号

F I

技術表示箇所

H 0 1 F 1/34

B